

广玉兰叶片浸提液中抑铜绿微囊藻化学成分分析^{*}

董昆明^{1,2} 缪莉¹ 李楠¹ 周晓见¹ 靳翠丽¹ 封克^{1,2,3**}

(1. 扬州大学环境科学与工程学院, 扬州, 225127; 2. 扬州大学海洋科学与技术研究所, 扬州, 225127;

3. 江苏扬州农业环境安全服务中心, 扬州, 225127)

摘要 针对水华的主要物种——铜绿微囊藻, 测定近30种常用绿化植物的浸取液对其增殖的抑制作用, 并对其中表现最优的广玉兰样品进行了抑制效果的进一步测定. 结果显示, 广玉兰叶片浸取物在浓度 $8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的条件下对铜绿微囊藻生长的抑制效果最高可达97.4%. 在活性测试的基础上利用硅胶柱层析、凝胶柱层析、GC-MS等方法, 结合抑藻实验对广玉兰叶片提取物进行了铜绿微囊藻抑制活性物质的分离纯化和结构鉴定. 从广玉兰叶片的高活性提取物正丁醇浸膏中分离出2-亚甲基-3-羟基胆甾烷、正三十七醇、25, 26-二羟基维生素D3等含羟基物质, 7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3 β , 4, 7, 8, 8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮、6-[1-(羟甲基)乙烯基]-4, 8a-二甲基-4a, 5, 6, 7, 8, 8a-六氢化-2(1H)-萘酮等酮类物质, 以及邻苯二甲酸单(2-乙基)己酯等.

关键词 广玉兰, 铜绿微囊藻, 抑藻.

水体的富营养化使得蓝藻水华成为一个世界性的环境问题. 在我国的蓝藻水华案例中, 铜绿微囊藻在数量和发生频率上都占优势^[1-3]. 对铜绿微囊藻的防治有物理方法、化学方法和生物方法等^[4-7]. 相对来说, 生物方法, 即利用生物制剂来防治水华藻类的方法, 由于具有高效、低毒、二次污染小、藻类不容易产生抗药性等优点备受关注. 其对开发和研制新型藻类抑制剂意义重大. 相关研究主要集中在淡水水生植物方面^[8-9], 而陆生植物提取物方面研究较少^[10-11].

先期实验对近30种常见绿化植物提取物进行了抑藻实验, 结果显示广玉兰水浸提液具有最佳的抑藻效果. 相同条件下对比显示其铜绿微囊藻抑制率可达97.4%. 提取实验表明, 在广玉兰叶片正己烷和正丁醇提取物中含有大量的活性物质, 能够对铜绿微囊藻起到很好的抑制效果. 为了进一步研究化感物质的种类, 本文运用硅胶柱层析、凝胶柱层析、色谱、质谱^[12]等方法, 结合抑藻实验对广玉兰叶片提取物中具有抑藻活性的物质进行分离纯化和结构鉴定, 以期对新型藻类抑制剂的开发提供新的思路.

1 实验部分

1.1 实验材料

实验所用广玉兰叶等植物样品均在8—9月生长旺盛时采集自扬州市郊外成规模的绿化带或花鸟市场. 用于检验抑藻活性的铜绿微囊藻取自中国科学院武汉水生生物研究所, 编号FACHB-905. 实验前先用BG-11培养基^[11]将铜绿微囊藻预培养7—8 d, 使之处于对数增长期, 作为藻种使用.

1.2 植物浸取液的制备及抑藻活性检测

将植物叶片用自来水冲洗干净后晾干, 取晾干的活体植物组织100 g, 置于组织捣碎机中粉碎($20000 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$, 10 min), 加1000 mL纯水浸泡48 h后, 经定量滤纸过滤, 再用0.22 μm 微孔滤膜减压抽滤, 以消除其它微生物的影响, 得到 $100 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 的浸提液. 将处于指数生长期的铜绿微囊藻接种到相同浓度($8 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$)的不同植物浸提液中, 通过比浊法每日测定细胞密度, 计算抑制率进行初筛.

抑藻活性测量时分别取1 mL各溶液加入到200 mL处于指数生长期的铜绿微囊藻液中, 同时进行

2010年8月24日收稿.

^{*} 国家自然科学基金项目资助(30671240, 30871588, 41006097); 江苏省环境材料与环境工程重点实验室开放基金(K090025).

^{**} 通讯联系人, E-mail: fengke@yzu.edu.cn

3 个平行重复.藻液置于温度控制在 25 ℃ ,光暗比为 12 h:12 h 的智能生物人工气候培养箱中培养.培养 7 d 后在倒置显微镜下观察藻细胞 ,计数 ,并采用下式计算抑制率.

抑制率(%)=(对照组藻浓度 - 实验组藻浓度) /对照组藻浓度 × 100%

1.3 广玉兰叶片成分的提取分离

广玉兰叶片(8.0 kg) 阴干后人工捣碎至浆状 ,以无水乙醇室温浸提 ,每 2 d 一次 ,重复 3 次 ,减压蒸馏 ,蒸出乙醇 ,合并浓缩液 ,得到橙红色粗浸膏 289 g.粗提物依次用正己烷、乙酸乙酯和正丁醇按 1:1 体积比萃取 ,重复 3 次 ,合并萃取液 ,减压蒸馏 ,得到正己烷相浸膏 60 g ,正丁醇相浸膏 55 g ,乙酸乙酯相浸膏 110 g ,水相浸膏 64 g.

1.4 抑藻活性物质分离、纯化和活性检测

将含有活性成分的正己烷浸膏用丙酮溶解 ,拌以 200—300 目硅胶 ,自然干燥.湿法上硅胶柱 ,用不同配比石油醚、丙酮混合液梯度洗脱(正丁醇浸膏用氯仿溶解 ,不同配比的氯仿、甲醇混合液梯度洗脱) .对于得到的抑藻活性较高的组分 ,将其相应洗脱梯度细化 ,继续利用硅胶柱、Sephadex LH-20 柱进行分离纯化.将最终纯化出来的组分分别取少量溶解于二甲亚砜中(二甲亚砜水溶液浓度为 5 mL·L⁻¹ 时的抑制率为 1.06% ,该值已包含在抑制率计算时的误差内) ,溶液终浓度均为 10 g·L⁻¹ ,用于抑藻活性检测.检测方法及其计算公式同 1.2 节.

1.5 广玉兰叶抑藻活性成分的 GC-MS 分析

用气相色谱/质谱联用仪对各组分进行分析 ,GC-MS 条件如下: 色谱柱: Hp-FFAp ,30 m × 0.25 mm × 0.25 μm; 柱温 80 ℃ —220 ℃ ,升温速度 10 ℃·min⁻¹; 柱前压 50 kPa ,离子源温度 230 ℃ ,连接线温度 280 ℃ ,扫描范围 29.0—550.0 m/z. 所得质谱经计算机检索 ,分析出初步的化学成份 ,用面积归一法计算各成分的相对含量.

2 结果与讨论

2.1 木本植物浸取液抑藻活性

表 1 所示为近 30 种常用绿化木本植物浸取液对铜绿微囊藻的抑制活性.实验所用的植物提取物的浓度均为 8 g·L⁻¹. 结果表明多种植物浸取液具有较强的抑藻效果 ,其中尤以广玉兰对铜绿微囊藻的抑制率最高达到 97.4%(广玉兰浸取液的铜绿微囊藻抑制率曲线见图 1) ,表现出很强的抑制活性.还有少数植物浸取液对该藻的抑制率为负值 ,表明这些植物浸取液中含有促进该藻细胞生长的物质.其余样品对铜绿微囊藻的抑制效果均低于广玉兰.

表 1 常用绿化植物浸取液对铜绿微囊藻的抑制活性
Table 1 Inhibition rate of plant extracts on *Microcystis aeruginosa*

序号	植物名称	抑制率/%	序号	植物名称	抑制率/%	序号	植物名称	抑制率/%
1	广玉兰	97.4	10	海棠	51.2	19	白杨	2.3
2	龙爪槐	95.6	11	冬青	44.9	20	花柳	-11.3
3	黄杨	91.2	12	柏树	36.5	21	樱花	-23.5
4	槐树	78.9	13	榆树	25.8	22	海桐	-25.3
5	香樟	69.9	14	白玉兰	23.6	23	红胡桃	-45.6
6	柳叶	66.5	15	琼花	23.1	24	月季	-45.6
7	水芙蓉	65.2	16	紫丁香	21.4	25	白丁香	-56.4
8	油松	63.5	17	水杉	19.8	26	法国梧桐	-65.4
9	银杏	57.5	18	雪松	13.6	27	紫荆	-68.3

为精确测定广玉兰对铜绿微囊藻的抑制效果 ,将处于指数生长期的铜绿微囊藻接种到不同浓度的广玉兰叶片浸提液中 ,通过每日测定细胞密度 ,计算出铜绿微囊藻的抑制率曲线(图 1) .结果表明 ,广玉兰叶片浸提液对铜绿微囊藻的生长有明显的抑制作用 ,且随着浸出液浓度的升高 ,其对铜绿微囊藻生长的抑制作用逐渐加强.在最大浓度 8 g·L⁻¹ 的条件下 ,实验进行 7 d 后 ,所有的藻几乎都死亡 ,抑制率达

到 97.4% ,说明浸出液在高浓度时对铜绿微囊藻有直接的杀灭作用. 在 $1\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 、 $2\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 及 $4\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 浓度处理下 ,铜绿微囊藻的生长也受到显著的持续的抑制作用 ,抑制率持续上升. 在 $0.5\text{ g}\cdot\text{L}^{-1}$ 浓度处理下 ,抑藻作用不显著 ,最大抑制率出现在第 3 天 ,为 52.8% ,3 d 之后藻的增殖得到恢复 ,表现为抑制率下降.

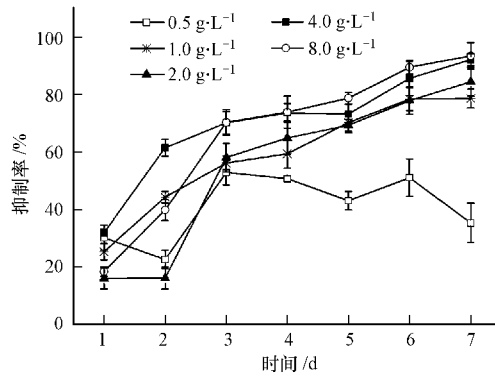


图 1 广玉兰浸取液对铜绿微囊藻的抑制效果

Fig. 1 Inhibition rate of extracts of *Magnolia grandiflora* leaves on *Microcystis aeruginosa*

鉴于广玉兰所表现出的高抑制活性 ,利用萃取分别得到正己烷、正丁醇、乙酸乙酯和水相中的不同提取物进行抑藻实验. 结果显示培养 7 d 后 ,相同浓度的正己烷相、正丁醇相、乙酸乙酯相和水相对于相同起始密度的铜绿微囊藻的抑制率分别为 96.0%、98.0%、32.2% 和 3.6% . 在正己烷相和正丁醇相中铜绿微囊藻几乎被完全抑制 ,而乙酸乙酯相和水相中的抑制效果不明显. 由此可见 ,广玉兰叶中的抑藻化感物质主要存在于正己烷和正丁醇萃取液中. 鉴于此本文结合提取物的抑藻活性利用硅胶柱层析、凝胶柱层析、GC-MS 等手段 ,对正己烷相和正丁醇相进行分离纯化并对化感物质进行结构鉴定.

2.2 正己烷相浸膏抑藻物质分离纯化和活性检测

将正己烷相浸膏用石油醚溶解 ,拌以 150 g 200—300 目硅胶 ,自然干燥. 湿法上硅胶柱 ,用石油醚与丙酮不同比例混合液梯度洗脱(100:0 ,5.0 L →100:8 ,8.5 L →100:15 ,6.0 L →100:30 ,14.0 L →100:50 ,14.5 L →100:100 ,4.0 L) ,得到 6 个组分. 编号为: FE00(0.0 g) ,FE01(2.193 g) ,FE02(2.589 g) ,FE03(8.323 g) ,FE04(7.879 g) ,FE05(9.056 g) . 如图 2 结果显示 ,正己烷相各洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制率分别达到 82.0%、-12.0%、9.1%、25% 和 75% . 从中可以看出 ,FE02 组分中的物质对铜绿微囊藻的生长起到了一定的促进作用 ,活性化感物质主要存在于 FE01 和 FE05 两组分中.

将组分 FE01(2.193 g) 浸膏用丙酮溶解 ,拌以 4.4 g 200—300 目硅胶 ,自然干燥. 湿法上硅胶柱 ,用石油醚和丙酮梯度洗脱(100:8 ,1 L →100:15 ,0.5 L →100:40 ,0.5 L →100:100 ,0.5 L) 共得 4 个组分 ,将抑藻活性较高的 100:40 洗脱液浓缩后继续利用硅胶柱(石油醚: 丙酮 100:30 ,1 L →100:35 ,0.5 L →100:40 ,0.5 L →100:45 ,0.5 L)、Sephadex LH-20(甲醇: 水 100:0 ,0.5 L →100:25 ,1.0 L →100:50 ,1.0 L →100:75 ,0.5 L →0:100 ,0.5 L) 柱进行分离纯化 ,从中得到组分 F01(9.07 mg) ,F02(10.36 mg) 和 F03(8.70 mg) . 采用同样方法对组分 FE05(9.056 g) 浸膏予以处理 ,从其具有抑藻活性的 100:15 洗脱液中可得到组分 F04(3.50 mg) ,F05(6.37 mg) ,F06(2.15 mg) 和 F07(9.80 mg) .

图 3 是 FE01 和 FE05 这两个组分纯化后对铜绿微囊藻的抑制率比较 ,纯化后的 7 个组分对铜绿微囊藻的抑制率分别为 12%、-9.8%、19.29%、8.5%、21.35%、19.4% 和 -6.2% . 从中可以发现 ,F02 和 F07 这 2 个组分对铜绿微囊藻的生长起到了促进作用 ,而其余组分虽然对铜绿微囊藻的生长起到了一定的抑制作用 ,但抑藻效果都不显著.

2.3 正丁醇相浸膏抑藻物质分离纯化和活性检测

将正丁醇相浸膏用氯仿溶解 ,拌以 130 g 200—300 目硅胶 ,自然干燥. 湿法上硅胶柱 ,用氯仿和甲醇混合液梯度洗脱(100:0 ,10.0 L →100:2 ,26 L →100:4 ,14.5 L →100:8 ,9.2 L →100:15 ,12.3 L →100:30 ,10.5 L →100:50 ,9.5 L →100:100 ,8 L) ,得到 8 个组分. 分别编号为 LE00(0.0 g) ,LE01(1.991 g) ,LE02(2.517 g) ,LE03(1.241 g) ,LE04(0.609 g) ,LE05(7.466 g) ,LE06(5.320 g) ,LE07(7.668 g) .

图 4 显示出正丁醇相各洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制率分别达到 59.9%、65.4%、56%、68.9%、12%、-6.7% 和 9.1%。可以看出, 活性化感物质主要存在于 LE01、LE02、LE03 和 LE04 这 4 部分洗脱液中。

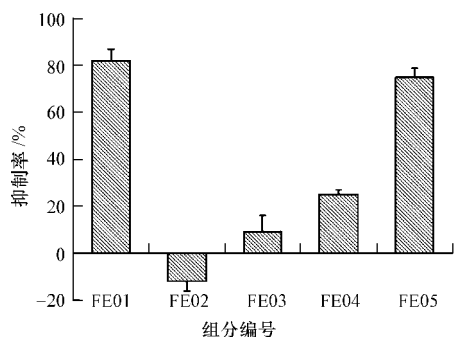


图 2 广玉兰正己烷提取物柱层析合并后洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制效果

Fig. 2 The inhibition rate on *Microcystic aeruginosa* by the eluant components of column chromatography from extracts of *Magnolia grandiflora* leaves with hexane

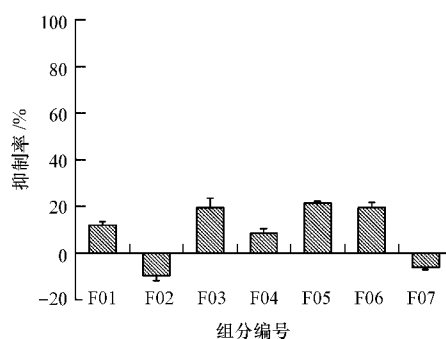


图 3 广玉兰正己烷提取物纯化合并后洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制率比较

Fig. 3 The inhibition rate on *Microcystic aeruginosa* of purified eluants from extracts of *Magnolia grandiflora* leaves with hexane

采用与 2.1 节处理正己烷浸膏类似的方法, 从组分 LE01 (1.991g) 得到组分 E01 (117 mg) 和 E02 (230 mg); 组分 LE02 (2.517g) 中得到 E03 (650 mg)、E04 (340 mg)、E05 (120 mg) 和 E06 (60 mg); 组分 LE03 (1.241 g) 中得到 E07 (110 mg)、E08 (144 mg)、E09 (47 mg); 组分 LE04 中得到 E10 (16.38 mg)、E11 (110 mg)、E12 (12 mg)。图 5 是纯化后的 12 个组分对铜绿微囊藻的抑制率, 分别为 13%、9.8%、32%、-8.3%、10%、15%、65.6%、54%、49%、60.89%、26.9% 和 -12.0%。显然, E04 和 E12 这 2 个组分对铜绿微囊藻的生长起到了一定的促进作用, 而 E07、E08、E09 和 E10 这 4 个组分对铜绿微囊藻的生长具有明显的抑制作用, 说明抑藻化感物质主要存在于这 4 段组分中。

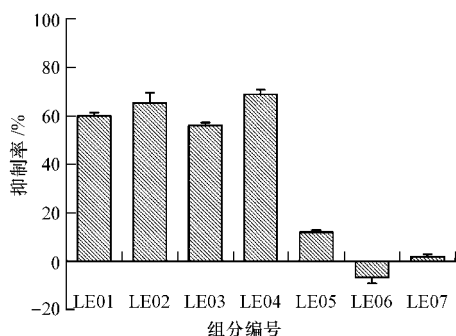


图 4 广玉兰正丁醇提取物柱层析合并后洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制率比较

Fig. 4 The inhibition rate on *Microcystic aeruginosa* by the eluant components of column chromatography from extracts of *Magnolia grandiflora* leaves with butanol

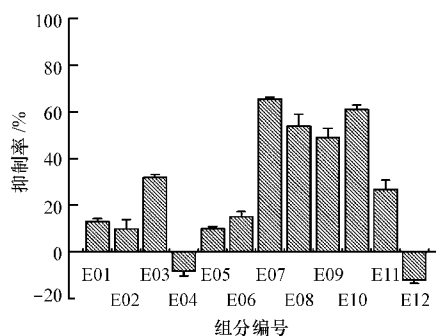


图 5 广玉兰正丁醇提取物纯化合并后洗脱组分对铜绿微囊藻的抑制率比较

Fig. 5 The inhibition rate on *Microcystic aeruginosa* by the purified eluants from extracts of *Magnolia grandiflora* leaves with butanol

2.4 广玉兰叶抑藻物质结构的初步鉴定

根据以上结果可知, 广玉兰正丁醇相提取浸膏经分离合并后 E07、E08、E09 和 E10 号样品具有明显的抑藻效应。对这 4 个样品分别进行 GC-MS 测试, 对所得质谱图谱进行计算机检索, 分析其化学成分, 并用面积归一法计算各成分的相对含量。其含量见表 2。

由分析结果可以看出, 抑藻活性较强的 E-07 到 E-10 组分中, 主要含有 2-亚甲基-3-羟基胆甾烷、正三十七醇、25, 26-二羟基维生素 D3 等含羟基物质, 以及 7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3 β , 4, 7, 8 β -六氢化-2H-环庚三烯并 [b] 呋喃-2-酮、6-[1-(羟基) 乙烯基]-4, 8a-二甲基-4a, 5, 6, 7, 8, 8a-六氢化-

2(1H)-萘酮等酮类物质,另外还有邻苯二甲酸单(2-乙基)己酯等,这些组分在每段组分中含量均大于10%。它们是每段活性组分的主要物质。例如在 E-07 组分中仅 2-亚甲基-3-羟基胆甾烷和 7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3,3a,4,7,8,8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮这 2 个组分含量就达到 57.07%;在 E-10 组分中,正三十七醇、7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3,3a,4,7,8,8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮、邻苯二甲酸单(2-乙基)己酯、2-亚甲基-3-羟基胆甾烷这 4 种成分含量高达 76.82%。

表 2 广玉兰浸取物中所含主要抑藻化感物质含量*
Table 2 GC-MS identified active components in the extracts from *Magnolia grandiflora* leaves

样品	成分	分子式	含量/%	合计/%
E07	2-亚甲基-3-羟基胆甾烷	C ₂₈ H ₄₈ O	29.40	57.07
	7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3,3a,4,7,8,8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮	C ₁₅ H ₂₀ O ₃	27.67	
E08	正三十七醇	C ₃₇ H ₃₅ OH	18.37	54.31
	7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3,3a,4,7,8,8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮	C ₁₅ H ₂₀ O ₃	23.49	
	6-[1-(羟甲基)乙烯基]-4,8a-二甲基-4a,5,6,7,8,8a-六氢化-2(1H)-萘酮	C ₁₅ H ₂₀ O ₂	12.45	
E09	正三十七醇	C ₃₇ H ₃₅ OH	21.06	36.65
	25,26-二羟基维生素 D ₃	C ₂₇ H ₄₄ O ₃	15.59	
E10	正三十七醇	C ₃₇ H ₃₅ OH	11.09	76.82
	7-甲基-3-亚甲基-6-(3-丁酮基)-3,3a,4,7,8,8a-六氢化-2H-环庚三烯并[b]呋喃-2-酮	C ₁₅ H ₂₀ O ₃	23.32	
	邻苯二甲酸单(2-乙基)己酯	C ₁₆ H ₂₁ O ₄	31.69	
	2-亚甲基-3-羟基胆甾烷	C ₂₈ H ₄₈ O	10.72	

* 仅列出个样品含量大于 10% 的组分。

3 结论

广玉兰叶片正丁醇提取物中含有大量的抑藻活性物质,能够对铜绿微囊藻起到很好的抑制效果。进一步柱层析、气相色谱质谱等分离鉴定结果表明,其中主要的抑藻活性物质为小分子的醇类、酮类和酯类。鉴定出的这些抑藻活性物质具体是一种物质或是几种物质协同作用,还有待于进一步验证。

参 考 文 献

[1] Zhang W H, Zhang X H, Zhang G M. Variation of *Microcystins* in a lake for water supply[J]. J Environ Sci Health (part A), 2003, 38(12): 2857-2865

[2] Lu Y, Wen J F. Isolation, pure cultivation and total DNA extraction of *Microcystis aeruginosa* Kutz in Dianchi Lake[J]. J Lake Sci, 2001, 13(3): 285-288

[3] 陈宇炜, 高锡云. 太湖微囊藻的生长特征及其分离提纯培养的初步研究[J]. 湖泊科学, 1999, 11(4): 351-356

[4] Della G M, Isidori M, Lavorgna M et al. Bioactivity of phenanthrenes from *Juncus acutus* on *Selenastrum capricornutum*[J]. J Chem Ecol, 2004, 30(4): 867-879

[5] 庄源益, 赵凡, 戴树桂, 等. 高等水生植物对藻类生长的克制效应[J]. 环境科学进展, 1995, 6(3): 44-49

[6] Nakai S, Inoue Y, Hosomi M, et al. Growth inhibition of blue-green algae by allelopathic effects of marophytes[J]. Wat Sci Tech, 1999, 39(8): 47-53

[7] 花铭, 陈良燕, 尹大强. 邻苯三酚和咖啡酸对铜绿微囊藻的化感作用及其机理[J]. 环境化学, 2008, 27(3): 331-334

[8] Jones G J, Orr P T. Release and degradation of microcystin following algicide treatment of a *Microcystis aeruginosa* bloom in a recreational lake, as determined by HPLC and protein phosphatase inhibition assay[J]. Water Res, 1994, 28(4): 871-876

[9] 张维昊, 周连凤, 吴小刚, 等. 菖蒲对铜绿微囊藻的化感作用[J]. 中国环境科学, 2006, 26(3): 355-358

[10] 洪喻, 胡洪营, 黄晶晶, 等. 芦竹抑藻物质的初步分离及抑制铜绿微囊藻的效果[J]. 环境化学, 2008, 27(6): 751-755

[11] Li F M, Hu H Y. Isolation and Characterization of a novel antialgal allelochemical from *Phragmites communis*[J]. App Environ Microbiol, 2005, 71(12): 6545-6553

[12] 胡正君, 史亚利, 蔡亚岐. 气相色谱-质谱法测定人体血样中合成麝香[J]. 环境化学, 2010, 29(3): 530-535

ANALYSIS OF THE INHIBITORY COMPONENTS FROM EXTRACTS OF *MAGNOLIA GRANDIFLORA* LEAVES AGAINST *MICROCYSTIS AERUGINOSA*

DONG Kunming^{1 2 3} MIAO Li¹ LI Nan¹ ZHOU Xiaojian¹ JIN Cuili¹ FENG Ke^{1 2 3}

(1. School of Environmental Science and Engineering, Yang Zhou University, Yangzhou, 225127, China;

2. Institute of Marine Science and Technology, Yang Zhou University, Yangzhou, 225127, China;

3. Yangzhou Technological Service Center for Agro-Environment Safety of Jiangsu Province, Yangzhou, 225127, China)

ABSTRACT

The organic extracts of some terrestrial plant species were screened for their antialgal activity against *Microcystis aeruginosa*. Among the 30 plant species, the extracts of *Magnolia grandiflora* leaves showed the most remarkable activity (97.4%). Silica gel and Sephadex LH20 column chromatography were used to isolate and purify the active substances from the *M. grandiflora* leave extracts. Antialgal assays were used to guide the purification. After that, the compounds in the most active sub-fractions were identified by using GC-MS. Large amounts of alcohols (such as 2-methyl-3-hydroxy bile sterane, 1-heptatriacotanol and 25,26-dihydroxy-vitamin D3), ketones (such as 7-methyl-3-methylene-6-(3-methyl ethyl ketene)-3,3a,4,7,8,8a-haxahydro-2H-cyclohepta triene and [b]furan-2-one, 6-[1-(hydroxymethyl)-vinyl]-4,8a-dimethyl-4a,5,6,7,8,8a-hexahydro-2(1H)-naphthyl ketone) and lipids (such as mono(2-ethylhexyl)-phthaiate) were identified. The results indicated that these high-content alcohols, ketones and lipids might be the anti-algal substances, separate or synergistic, in the *M. grandiflora* leaves. This study identified the potential antialgal substances from the *M. grandiflora*.

Keywords: *Magnolia grandiflora*, *Microcystis aeruginosa*, antialgal.

沃特世 18 种邻苯二甲酸盐 UPLC/MS/MS 分析解决方案

近日,台湾媒体报道了起云剂遭受增塑剂污染的事件,导致食品安全检测市场顿时风起“云”涌,邻苯二甲酸盐的检测再度成为人们关注的焦点。起云剂(又名浑浊剂、乳浊剂、增浊剂)也就是我们常说的乳化稳定剂,主要应用于饮料和奶类制品。在饮料中使用,有助于释放与保留果汁饮料的香气,包埋果汁饮料的异味、杂味,也能增强果汁饮料口感的润滑性、厚实感,尤其是有效改良果汁饮料的天然感观,显著提高果汁饮料的品质质量。起云剂的主要成分为风味油、单体香油、增重剂、乳化稳定剂、乳化剂、水,它本身对人体并没有危害,本次事件的发生是由于少数起云剂生产厂家为降低成本使用在食品中禁用的增塑剂类物质邻苯二甲酸盐代替原本应该使用的棕榈油,从而引发了食品安全事件。确保食品添加剂或者食品本身是否含有邻苯二甲酸盐类物质的一个途径就是使用分析手段对其进行检测。

沃特世公司介绍了两种基于沃特世超高效液相色谱技术(UPLC技术)分析18种(含台湾FDA要求)邻苯二甲酸盐的方法。方法1为采用沃特世超高效液相色谱质谱联用技术(UPLC/MS/MS),该方法具有分析速度快、灵敏度高的特点,适用于实验室拥有质谱系统并追求检测灵敏度的用户。方法2为采用沃特世超高效液相色谱系统和二极管阵列检测器(UPLC/PDA)分析方法,适用于暂时还不具有质谱系统的用户。

本刊讯